

Der Destillationsrückstand wurde von schmierigen Substanzen heiß abfiltriert und sich selbst überlassen. Nach einiger Zeit schied sich aus der Lösung ein fester Körper ab, der, aus Alkohol umkrystallisiert, sich als 2-Pyridil-*N*-pyridiniumjodid<sup>2)</sup> erwies (10 g).

Das Destillat wurde mit Äther ausgezogen, der Äther-Auszug mit geschmolzenem  $K_2CO_3$  getrocknet, der Äther abgedampft, das unveränderte Pyridin durch Erhitzen auf dem Wasserbade im Vak. entfernt und der feste Rückstand aus wäßr. Alkohol umkrystallisiert. Es blieb eine gelbliche, in feinen Nadeln krystallisierende Substanz (0.2 g) von charakteristischem, jodoformartigem Geruch. Schmp. 106°. Wie die Analyse ergab, handelte es sich um Pentajod-pyridin.

0.0477 g Subst.: 0.0790 g AgJ (Carius). — 0.0348 g Subst.: 0.54 ccm  $N_2$  (18°, 732 mm) (Sucharda u. Bobrański).

$C_5N_5J_5$ . Ber. J 89.56, N 1.95. Gef. J 89.52, N 1.72.

25 g Pyridin wurden ins Chlorhydrat übergeführt und dann unter gleichen Bedingungen mit 50 g Chlorjod behandelt. Aus dem Rückstand nach der Wasserdampfdestillation ließ sich wiederum 2-Pyridil-*N*-pyridiniumjodid<sup>3)</sup> (9 g) erhalten. Das Destillat wurde mit Äther ausgezogen, der Äther verjagt und das hinterbliebene Öl unter 12 mm destilliert. Zunächst ging wasserhaltiges Pyridin über, dann stieg die Temperatur, und bei 60–62° ging ein leicht bewegliches Öl (3 g) über, das sich als 2-Chlor-pyridin erwies.

Der Destillations-Rückstand, der beim Abkühlen erstarrte, wurde in etwas heißem Alkohol gelöst und heiß filtriert. Nach dem Abkühlen schied sich zunächst eine Substanz in fast farblosen Nadeln ab; sie erwies sich, nochmals aus Alkohol umkrystallisiert, als 3.5-Dijod-pyridin (s. o.). Aus dem eingeeengten Filtrat nach Abscheidung des rohen 3.5-Dijod-pyridins wurden 0.2 g Pentajod-pyridin erhalten.

Ein Zusatz von  $HgCl_2$  oder  $FeCl_3$  als Katalysatoren blieb auf den Reaktionsverlauf ohne Einfluß.

Einwirkung von Jod (Chlorjod) auf Pyridin im gasförmigen Zustand:

In Anlehnung an das Verfahren von Hertog u. Wibaut<sup>1)</sup> wurde eine Lösung von 40 g Jod in 100 g Pyridin langsam tropfenweise durch ein mit Pumeks gefülltes, in einem elektrischen Ofen auf 300° erhitztes, vertikales Porzellanrohr geleitet. Das Reaktionsprodukt wurde ähnlich wie bei der Jodierung des geschmolzenen Pyridinchlorhydrates aufgearbeitet. Man gelangte so wieder zum 3.5-Dijod-pyridin (0.4 g) und Pentajod-pyridin; der größte Teil des Pyridins blieb unangegriffen. Verwendete man eine höhere Temperatur (400° oder 500°), so verschob sich nur das Mengenverhältnis zugunsten des Pentajod-pyridins; bei 500° wurde nur Pentajod-pyridin erhalten (0.4 g).

Auch die Verwendung von Chlorjod zur Jodierung in der Gasphase führte zu keinen wesentlich anderen Ergebnissen. Es wurden Chlorjod und Pyridin wie oben bei verschiedenen Temperaturen durch ein vertikales Porzellanrohr gleichzeitig durchgeleitet. Als Reaktionsprodukte entstanden dabei wieder kleine Mengen von 3.5-Dijod-pyridin und Pentajod-pyridin. Bei höherer Temperatur (z. B. 500°) entstanden neben den Jodierungsprodukten auch 2-Chlor-pyridin und 2.6-Dichlor-pyridin.

Lwów, im April 1937.

### Berichtigung.

Jahrg. 70 [1937], Heft 4, S. 843, 7. Zeile v. o. lies: „31 g“ statt „87 g“.